

## 明細書

## 磁気ディスク用ガラス基板の化学強化処理方法

## 技術分野

本発明はHDD（ハードディスクドライブ）などの磁気記録装置に搭載される磁気ディスク及び磁気ディスク用のガラス基板の製造方法に関する。

## 背景技術

HDD等の磁気記録装置は、近年急速な高記録密度化が図られている。このHDDに搭載される情報記録媒体が磁気ディスクであり、アルミニウム系合金基板やガラス基板などの基板上に磁性層等を成膜して製造されている。このHDDにおいては、高速回転する磁気ディスク上を磁気ヘッドが浮上飛行しながら、情報信号を磁化パターンとして磁性層に記録し、また再生を行う。

最近では、高記録密度化に適した磁気ディスク用基板として特にガラス基板が注目されている。ガラス基板は平滑な表面が得られるため、低浮上量の磁気ヘッド用として好適であり、記録信号のS/N比向上と高記録密度化に好適な基板である。つまり、ガラス基板は磁気ヘッドの低浮上量対応性に優れた基板であると言える。しかしながら、ガラス基板は高強度且つ高剛性材料であるが、一方で脆性材料である側面があるので、様々な強化方法が試みられている。通常用いられるガラスの強化方法としては、結晶化法や化学強化法がある。磁気ディスクなどの情報記録媒体用のガラス基板の化学強化方法としては、例えば、下記特許文献1（特開2000-203888号公報）のような技術や、下記特許文献2（特開2001-72444号公報）のような技術が知られている。

## 発明の開示

最近では、HDDの情報記録密度は1平方インチ当たり40ギガビット以上に到達するまでに増大している。このような高情報記録密度を実現させるためには、磁気ヘッドの記録再生素子と磁気ディスクの磁性層との距離（スペーシングロス）

を極限までに狭隘化させる必要がある。1平方インチ当り40ギガビット以上の情報記録密度を達成するためには、磁気ヘッドの浮上量が10nmであっても高速回転する磁気ディスクと接触を起こさないように磁気ディスク表面を平滑化する必要がある。磁気ヘッドが磁気ディスク表面に接触した場合、或いは擬似的に接触した場合には、クラッシュ障害を引き起こし、HDDを故障させてしまう場合がある。

また最近では、高記録密度を実現させる観点から、磁気ヘッドの再生素子として磁気抵抗効果型素子（例えばGMR素子やTMR素子）が採用されつつある。このような磁気抵抗効果型素子を搭載した磁気ヘッドには固有の障害としてサーマルアスペリティ障害を引き起こす場合がある。サーマルアスペリティ障害とは、磁気ディスク面上の微小な凸或いは凹形状上を磁気ヘッドが浮上飛行しながら通過するときに、空気の断熱圧縮及び／又は断熱膨張を介して、磁気抵抗効果型素子が微小に加熱、冷却される場合に発生する。勿論、磁気ディスク面上の微小な凸或いは凹形状と磁気抵抗効果型素子が接触した場合でも発生する。

このようにサーマルアスペリティ障害は、磁気ヘッドと磁気ディスクとが接触しない場合であっても発生してしまうので、磁気抵抗効果型素子を搭載した磁気ヘッドに対しては、磁気ディスク表面は極めて高度に平滑化、清浄化する必要がある。サーマルアスペリティ障害が発生すると、通常の再生信号にサーマルアスペリティ信号が重畳するので、正確な記録ビットの読み出しが阻害されてしまう。

本出願人は、磁気ヘッドのサーマルアスペリティ障害と、磁気ディスク用ガラス基板の製造工程との因果関係について検討し、特に化学強化工程との関係において所定の対策を鋭意研究している。前述の特許文献1や特許文献2は、その成果を提供したものである。しかし、最近のように磁気ヘッドの浮上量が10nm或いはそれ以下になると、従来のような対策のみでは、最早これら障害を十分に抑制できない場合があると考えられる。最近ではECC（Error Correcting Code：誤り訂正符号）を用いた誤り訂正（Error Correction）技術が発達してきたといえども、磁気ヘッドの浮上量が10nm或いはそれ以下において、障害なく安全にHDDを動作させることは困難となっている現実がある。

ところで、近年ではHDDの市場用途が急拡大している結果として、一層の低価

格化を求められている。とりわけ、HDDの市場用途は、従来のコンピュータ搭載用途に加えて、カーナビゲーションシステムや、PDA（携帯情報端末）或いは携帯電話搭載用途へと急拡大している。このような事情のもと、磁気ディスク用ガラス基板にあってもコストダウンの厳しい要求があるが、磁気ディスク用ガラス基板の製造工程の内、化学強化工程とそれに続く洗浄工程はコスト圧迫の主要な要因の一つである。例えば化学強化工程において用いられる化学強化塩は酸化性が高い材料であるため、調達、運搬、保管のためには所定のコストがかかる。また、化学強化後の洗浄工程においては、化学強化工程においてガラス基板表面に結着した異物を確実に除去するためには精密洗浄を施す必要がある。異物の除去が不十分な場合、サーマルアスペリティ障害やヘッドクラッシュ障害の原因となる場合があるからである。精密洗浄は、コスト圧迫要因であるとともに、より一層狭隘な磁気ヘッド浮上量においてもこれらの障害を抑制するためには、更なるコスト負担をして精密洗浄を高度化する必要がある。このため、磁気ディスク用化学強化ガラス基板を廉価で提供することの阻害要因となっていた。

本発明は、このような課題の下になされたものであって、その目的は、第1に、例えば10 nm或いはそれ以下の極狭な磁気ヘッド浮上量においてもサーマルアスペリティ障害やヘッドクラッシュ障害を防止できる磁気ディスク用化学強化ガラス基板及び磁気ディスクを提供することである。また、第2に、サーマルアスペリティ障害やヘッドクラッシュ障害を防止できる廉価な磁気ディスク用化学強化ガラス基板及び磁気ディスクを提供することである。

本発明は上記課題を解決するために以下の構成を有する。

（構成1）処理槽に導入された化学強化塩を溶融して化学強化溶融塩を得、ガラスディスクを前記化学強化溶融塩に接触させることにより化学強化する磁気ディスク用ガラス基板の化学強化処理方法において、処理槽に化学強化塩を導入する際に雰囲気中に飛散しないように粒状の化学強化塩を用いることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の化学強化処理方法。

（構成2）粉状の化学強化塩材料を粒状に成形した化学強化塩を用いることを特徴とする構成1記載の磁気ディスク用ガラス基板の化学強化処理方法。

（構成3）前記ガラスディスクはアルミニノシリケートガラスからなることを特徴

とする構成 1 又は 2 に記載の磁気ディスク用ガラス基板の化学強化処理方法。

(構成 4) 構成 1 乃至 3 の何れかに記載の磁気ディスク用ガラス基板の化学強化処理方法により化学強化処理を行う工程を有することを特徴とする磁気ディスク用化学強化ガラス基板の製造方法。

(構成 5) 構成 4 に記載の磁気ディスク用化学強化ガラス基板の製造方法により得られるガラス基板上に、少なくとも磁性層を形成することを特徴とする磁気ディスクの製造方法。

本発明では、処理槽に導入される化学強化塩として、従来のような粉状の化学強化塩ではなく、粒状の化学強化塩を用いることにより、化学強化塩を処理槽に投入する際に、パーティクルの飛散が抑制されるため、パーティクルなどの異物付着によるサーマルアスペリティ障害及びヘッドクラッシュ障害を防止することが出来る。

また、粉状の化学強化塩は、雰囲気中の湿気を吸湿して不定形に固形化する場合がある。このような不定形に固形化した化学強化塩は、固く、重くなり、表面粗さも大きくなるため、そのまま処理槽に導入すると、処理槽を損傷する場合がある。この場合、吸湿を防止しようとすると、雰囲気の湿度管理を厳密に行う必要が生じるためコストを圧迫する。本発明では、粒状の化学強化塩を用いるため、粉状体のような吸湿による不定形に固形化することができなく、そのまま処理槽に導入しても処理槽を損傷するおそれがない。しかも、上述のような厳密な湿度管理を要しないのでコスト低減が出来る。

さらに、粒状の化学強化塩は、粉状のものに比べて、飛散が起こらないなど、取り扱いが容易であり、調達、運搬、保管のためのコストを低減できる。

以上のように、本発明では、化学強化塩の処理槽への投入時のパーティクル発生、処理槽の損傷に伴う処理槽中の発塵等による化学強化溶融塩の汚染が抑制されるので、清浄な化学強化溶融塩とすることができます。従って、サーマルアスペリティ障害やヘッドクラッシュ障害の防止に効果的である。また、化学強化溶融塩を清浄なものとすることができるので、化学強化工程後の精密洗浄を特に高度化しなくともサーマルアスペリティ障害やヘッドクラッシュ障害を好適に防止することが出来、磁気ヘッドの 10 nm 或いはそれ以下の低浮上量にも対応するこ

とが可能である。また、コスト低減も可能である。

本発明において、処理槽とは、化学強化塩を導入して溶融させる槽であって、化学強化処理工程を実施する化学強化処理槽に直接化学強化塩を導入する態様においては、この化学強化処理槽であり、また化学強化塩を溶融させる溶融処理槽を設け、この溶融処理槽から化学強化処理工程を実施する化学強化処理槽に化学強化溶融塩を供給する態様においては、上記溶融処理槽であればよい。

本発明において、粒状とは、化学強化塩を処理槽に導入する際に雰囲気中に飛散しないような形状のものであればよく、例えば、球体状や橢円体状などの球状或いは半球状態様、円柱状態様や、直方体状などの多角柱状態様などが含まれる。本発明の作用を特に好ましく得る観点からは、角の無い無角形状のものが好ましく、このような形状としては、例えば上記の球状態様や半球状態様等が挙げられる。

本発明における化学強化塩の材料としては、硝酸ナトリウムや硝酸カリウムを含有する材料であることが好ましい。このような化学強化塩は、ガラス、特に好適なアルミノシリケートガラスを化学強化すると、磁気ディスク用化学強化ガラス基板として所定の好適な剛性や耐衝撃性を得ることが出来るからである。なお、硝酸ナトリウムと硝酸カリウムは各々単独でも併用してもよい。

本発明における粒状の化学強化塩は、粉状の化学強化塩材料を例えば打錠機により粒状に成形することによって容易に得られる。また、このように粒状に成形する方法を用いることにより、任意の形状や大きさに成形することが容易であるため、好適である。

また、粒状の化学強化塩の粒径としては特に制約される必要は無いが、本発明の作用を好ましく得る観点からは、例えば球状或いは半球状態様の場合、1 mm～10 mm程度の粒径であることが好ましい。また、粒状の化学強化塩の粒の重量も特に制約はされないが、例えば、5 mg～15 g程度の範囲であることが好ましい。

本発明で用いるガラスディスクとしては、化学強化されるガラスであれば特に制限は設けないが、中でもアルミノシリケートガラスを好ましく挙げることが出来る。特に、リチウムを含有するアルミノシリケートガラスが好ましい。このよ

うなアルミノシリケートガラスは、イオン交換型化学強化方法、特に低温イオン交換型化学強化方法により、好ましい圧縮応力、圧縮応力層、引張応力を精密に得ることが出来るので、磁気ディスク用化学強化ガラス基板として特に好ましい。

このようなアルミノシリケートガラスとしては、その組成比は、 $SiO_2$ を58～75重量%、 $Al_2O_3$ を5～23重量%、 $Li_2O$ を3～10重量%、 $Na_2O$ を4～13重量%、主成分として含有するアルミノシリケートガラスを好ましく挙げることができる。

更に、ガラスの組成を、 $SiO_2$ を62～75重量%、 $Al_2O_3$ を5～15重量%、 $Li_2O$ を4～10重量%、 $Na_2O$ を4～12重量%、 $ZrO_2$ を5.5～15重量%を主成分として含有するとともに、 $Na_2O/ZrO_2$ の重量比が0.5～2.0、 $Al_2O_3/ZrO_2$ の重量比が0.4～2.5のアルミノシリケートガラスであることが好ましい。

また、 $ZrO_2$ の未溶解物が原因で生じるガラス基板表面の突起を無くすためには、モル%表示で、 $SiO_2$ を57～74%、 $ZnO_2$ を0～2.8%、 $Al_2O_3$ を3～15%、 $Li_2O$ を7～16%、 $Na_2O$ を4～14%含有する化学強化用ガラス等を使用することが好ましい。

このようなアルミノシリケートガラスは、化学強化することによって、抗折強度が増加し、ヌープ硬度にも優れる。

本発明の化学強化処理工程における化学強化方法としては、公知の化学強化法を適用でき、特に制限はされない。ガラスディスク（基板）の化学強化は、例えば、加熱した化学強化溶融塩にガラスディスクを接触させ、ガラスディスク表層のイオンを化学強化塩のイオンでイオン交換して行う。

ここで、イオン交換法としては、低温型イオン交換法、高温型イオン交換法、表面結晶化法、ガラス表面の脱アルカリ法などが知られているが、ガラス転移点の観点からガラス転移温度を超えない領域でイオン交換を行う低温型イオン交換法を用いることが好ましい。なお、ここでいう低温型イオン交換法とは、ガラス転移温度（ $T_g$ ）以下の温度領域で、ガラス中のアルカリイオンを、それよりもイオン半径の大きいアルカリイオンと置換し、イオン交換部の容積増加によってガラス表層に圧縮応力を発生させてガラス表面を強化することを指す。

このような化学強化処理時の温度、つまり化学強化処理を行うときの化学強化溶融塩の加熱温度は、イオン交換の促進等の観点からは、280～660℃、特に300～400℃であることが好ましい。

ガラスディスクを化学強化溶融塩に接触させる時間（化学強化処理時間）は、上述のイオン交換が完結するに十分な時間であればよく、通常は、数時間～数十時間程度とすることが好ましい。

なお、ガラスディスクを化学強化溶融塩に接触させる前に、予備加熱の目的で、ガラスディスクを100～300℃程度に加熱しておくことが好ましい。

また、化学強化処理後のガラスディスクは、冷却、洗浄工程を経て磁気ディスク用化学強化ガラス基板の製品とされる。

本発明では、処理槽に導入された化学強化塩を溶融して化学強化溶融塩を得、ガラスディスクを上記化学強化溶融塩に接触させることにより化学強化を行うが、上記処理槽の材料としては、耐食性に優れた低発塵な材料が好適である。化学強化塩や化学強化溶融塩は酸化性があり、しかも処理温度が高温であるため、耐食性に優れた材料を選定することにより、損傷や発塵を抑制し、サーマルアスペリティ障害やヘッドクラッシュ障害を抑制する必要がある。耐食性の点では石英材が特に好ましいが、ステンレス材、中でも耐食性に特に優れるマルテンサイト系又はオーステナイト系ステンレス材（例えばSUS316L, SUS304）も好ましい。なお、必ずしも処理槽全体が石英材やステンレス材で形成される必要はなく、少なくとも処理槽内壁の化学強化塩及び／又は化学強化溶融塩に接する部分が石英材やステンレス材で形成されればよい。

また、本発明にあっては、化学強化を施す前に、ガラスディスク表面を鏡面としておくことが好ましい。鏡面研磨加工方法としては、酸化セリウム砥粒を含む研磨液と研磨パッドを用いた鏡面研磨、或いはコロイダルシリカ砥粒を含む研磨液と研磨パッドを用いた鏡面研磨を好ましく挙げることができる。この場合の鏡面の品質としては、主表面において例えば表面粗さがRmaxで6nm以下、Raが0.6nm以下の鏡面、また端面においては例えばRmaxが0.01～1μm、Raが0.001～0.8μmの鏡面であることが好ましい。このような表面が鏡面研磨されたガラスディスクを用いて化学強化することにより、ガラス

ディスク表面の微細領域において均一に化学強化を施すことが出来る。

また、本発明におけるガラス基板の板厚としては、特に制限を設ける必要はないが、本発明の作用を好ましく得られる板厚としては例えば0.2mm～0.9mm、特に0.2mm～0.6mmの薄板のガラス基板が挙げられる。本発明によれば、ガラス基板をこのような薄板とした場合であっても、高い強度のガラス基板を安定した品質で廉価に供給することが出来るので好適である。

本発明により得られる磁気ディスク用化学強化ガラス基板上に、少なくとも磁性層を形成することにより磁気ディスクが得られる。たとえば、ガラス基板上に順次磁性層、保護層、潤滑層を形成した磁気ディスクを挙げる事ができる。磁性層としては高記録密度化に適したCo系磁性層が好ましい。このような磁性層としては例えばCoPt系磁性層、CoCr系磁性層を挙げることができる。磁性層の形成方法としてはDCマグнетロンスパッタリング法を好ましく挙げることができる。

また、ガラス基板と磁性層との間に、適宜、磁性層の磁性グレインの微細化や磁性層の磁化容易軸の配向などを目的とした下地層等を介挿させることが好ましい。下地層の材料としては、AlRu系合金やCr系合金などを用いることが出来る。

保護層は磁気ヘッドの衝撃から磁気ディスクを保護するためのもので、炭素系保護層を好ましく挙げることができる。炭素系保護層の中でも水素化炭素保護層、窒素化炭素保護層は潤滑層との密着性も高く特に好ましい。保護層の形成に当つては、DCマグネットロンスパッタリング法やプラズマCVD法などを好ましく挙げることができる。

潤滑層は磁気ヘッドと磁気ディスクとの干渉を緩和するためのもので、パーフルオロポリエーテル(PFPE)化合物を好ましく用いることができる。PFPEは柔軟な主鎖構造を備えるので適度な潤滑性を実現することができる。潤滑層の形成方法としてはディップ法を挙げることができる。

## 図面の簡単な説明

第1図は実施例2の磁気ディスクの模式的断面図である。

## 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の具体的な態様について実施例を挙げて詳細に説明するが、本発明はこれらの態様に限定されるものではない。

### (実施例1)

まず、アモルファスのアルミニノシリケートガラスからなるガラスディスクを用意した。

以下、本実施例の磁気ディスク用化学強化ガラス基板の製造方法について説明する。

#### (1) ラッピング工程 (研削工程)

溶融ガラスからダイレクトプレスにより直径30mmのアルミニノシリケートガラスからなるアモルファスのガラスディスクを得た。アルミニノシリケートガラスはSiO<sub>2</sub>: 63.6重量%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 14.2重量%、Na<sub>2</sub>O: 10.4重量%、Li<sub>2</sub>O: 5.4重量%、ZrO<sub>2</sub>: 6.0重量%、Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0.4重量%の組成を有するアルミニノシリケートガラスを用いた。

次いで、ガラスディスクに寸法精度及び形状精度の向上させるためラッピング工程を行った。このラッピング工程は両面ラッピング装置を用い、粒度#400の砥粒を用いて行なった。具体的には、はじめに粒度#400のアルミナ砥粒を用い、荷重を100kg程度に設定して、サンギアとインターナルギアを回転させることによって、キャリア内に収納したガラス基板の両面を面精度0~1μm、表面粗さ(R<sub>max</sub>) 6μm程度にラッピングした。次に、円筒状の砥石を用いてガラス基板の中央部分に孔を空けると共に、外周端面の研削をした後、外周端面および内周端面に所定の面取り加工を施した。このときのガラス基板端面の表面粗さは、R<sub>max</sub>で4μm程度であった。

次に、砥粒の粒度を#1000に変え、ガラス基板表面をラッピングすることにより、表面粗さをR<sub>max</sub>で2μm程度、R<sub>a</sub>で0.2μm程度とした。

#### (2) 鏡面研磨工程

次いで、ブラシ研磨により、ガラス基板を回転させながらガラス基板の端面（内周、外周）の表面の粗さを、 $R_{max}$ で $1 \mu m$ 、 $R_a$ で $0.3 \mu m$ 程度に研磨した。

この後、ラッピング工程で残留した傷や歪みの除去するため第1鏡面研磨工程を遊星歯車運動式の両面研磨方法を用いて行なった。両面研磨装置においては、ポリッシャとして研磨パッドが貼り付けられた上下上盤の間にキャリアにより保持したガラス基板を密着させ、このキャリアをサンギアとインターナルギアとに噛合させ、上記ガラス基板を上下定番によって挾圧する。その後、研磨パッドとガラス基板の研磨面との間に研磨液を供給して回転させることによって、ガラス基板が定盤上で自転しながら公転（遊星歯車運動）して両面を同時に鏡面研磨加工するものである。

具体的には、ポリシャとして硬質ポリシャ（硬質発泡ウレタン）の研磨パッドを用い、研磨工程を実施した。研磨液として酸化セリウム系（平均粒径 $1.3 \mu m$ ）研磨砥粒と純水を含む遊離砥粒を用いた。研磨条件は、荷重： $100 g/cm^2$ 、研磨時間：15分とした。

次に第1鏡面研磨工程で使用したものと同じタイプの両面研磨装置を用い、ポリシャを軟質の研磨パッド（スウェードパット）に変えて、第2鏡面研磨工程を実施した。この第2鏡面研磨工程は、上述した第1鏡面研磨工程で得られた平坦な表面を維持しつつ、例えば表面粗さが $R_{max}$ で $5 nm$ 以下、 $R_a$ で $0.5 nm$ 以下となる低減させることを目的とするものである。この鏡面研磨工程により、ガラス基板主表面が鏡面状態に仕上げられる。研磨液は酸化セリウム系（平均粒径 $0.8 \mu m$ ）研磨砥粒と純水を含む遊離砥粒を用いた。

研磨条件は、荷重： $100 g/cm^2$ 、研磨時間を5分とした。

鏡面研磨加工後のガラス基板を、硫酸を含む洗浄液で洗浄し研磨砥粒などの残渣を除去して清浄化した。

得られたガラスディスク基板の表面粗さをAFM（原子間力顕微鏡）で測定したところ、 $R_{max}$ が $4.8 nm$ 、 $R_a$ が $0.45 nm$ の平滑な鏡面であることを確認した。なお、表面粗さは全てAFM（原子間力顕微鏡）による表面領域測定結果から日本工業規格（JIS）B0601に準拠して算出したものである。

また、得られたガラスディスク基板は、直径が 27.4 mm、内径が 7 mm、板厚は 0.38 mm である。

### (3) 化学強化工程

次に、以下の条件で低温型イオン交換法による化学強化工程を施した。なお、以下の工程は、塵埃や異物付着を防止するために、クリーンルームで実施することが望ましい。本実施例では、日本工業規格 (JIS) B 9920 におけるクラス 8 より清浄なクリーンルーム内で実施し、雰囲気中の相対湿度は 40% 以下に保持した。

まず、粉体の硝酸カリウムを打錠機により球状に圧縮成形して得られた粒状の化学強化塩を用意した。この化学強化塩粒の粒径は 7 mm とした。同様に粉体の硝酸ナトリウムを打錠機により球状に圧縮成形して得られた粒状の化学強化塩を用意した。粒径は上記硝酸カリウム粒と同様 7 mm とした。

内壁がステンレス材 (SUS 316 L) で出来た化学強化処理槽を用意し、この化学強化処理槽内に上記硝酸カリウム粒と硝酸ナトリウム粒を重量比で 6 : 4 となるように導入した。次いで、この化学強化処理槽を加熱することにより、化学強化塩を溶融させて化学強化溶融塩とした。この化学強化溶融塩の温度は 380°C とした。この化学強化溶融塩をサンプリングし、ICP (誘導結合プラズマ) 法によりイオン含有量を分析したところ、化学強化溶融塩中にナトリウム、カリウム以外のアルカリイオンや、その他の陽イオンはほぼ検出されない清浄な化学強化溶融塩が形成されていることが分かった。

次に、この化学強化処理槽内の化学強化溶融塩中に、上記鏡面研磨したガラスディスクを 2 時間浸漬させて、化学強化処理を行なった。この化学強化工程によりガラスディスク表面には高い圧縮応力が形成されるので、耐衝撃性に優れたガラス基板を得ることができる。

化学強化を終えたガラスディスクを硫酸、中性洗剤、純水、純水、IPA、IPA (蒸気乾燥) の各洗浄槽に順次浸漬して、超音波洗浄し、乾燥して、磁気ディスク用化学強化ガラス基板を得た。

得られた磁気ディスク用化学強化ガラス基板の主表面の表面粗さを AFM (原子間力顕微鏡) で測定したところ、 $R_{max}$  が 4.6 nm、 $R_a$  が 0.45 nm

の平滑な鏡面であることを確認した。また、ガラス基板表面の目視検査及び光の反射・散乱・透過を利用した光学式検査と電子顕微鏡による観察を実施したが、ガラス基板表面には、サーマルアスペリティ障害やヘッドクラッッシュ障害の原因となるような異物などの付着は観察されなかった。

次に、この得られた磁気ディスク用ガラス基板の抗折強度を測定した。抗折強度は磁気ディスク用ガラス基板上に荷重を加えていったときにガラス基板が破壊した時の荷重として求めた。抗折強度が大きいほど、磁気ディスク用ガラス基板の耐久性が高くなる。本実施例のガラス基板の抗折強度は 18 kg/f であり、磁気ディスク用基板として十分な強度が得られていることを確認した。

このようにして本実施例の磁気ディスク用化学強化ガラス基板を 10 万枚製造後、化学強化処理槽の内壁を観察したが、腐食などの異常は観察されなかった。

#### (実施例 2)

実施例 1 で得られた磁気ディスク用化学強化ガラス基板を用いて本実施例の磁気ディスクを製造した。

本実施例における磁気ディスクは、実施例 1 で得られた磁気ディスク用ガラス基板上に順次、磁性層、保護層、潤滑層等が形成された磁気ディスクである。その模式的断面図を図 1 に示す。図 1 において、1 はガラス基板、2 はシード層 2a と下地層 2b とからなる非磁性金属層、3 は磁性層、4 は保護層、5 は潤滑層である。

次にこの磁気ディスクの製造方法について説明する。

上記ガラス基板 1 (実施例 1 で得られた磁気ディスク用化学強化ガラス基板) 上に順次 DC マグネットロンスパッタリング方法を用いてアルゴン雰囲気中で非磁性金属層 2、磁性層 3、及び保護層 4 を形成した。

まず、ガラス基板 1 上にシード層 2a を成膜した。このシード層 2a は磁性層の磁性粒子を均一に微細化させる作用を備え、磁気特性を向上させる効果を発揮する。シード層 2a の材料は AlRu 合金を用いた。次に下地層 2b を成膜した。この下地層 2b は磁性層の磁化容易軸をディスクの面内方向に配向させる作用を備える。下地層 2b の材料は CrW 合金を用いた。

次に磁性層 3 を成膜した。磁性層の材料には CoCrPtTa 合金の強磁性層

を用いた。さらに、磁性層3上に保護層4を成膜した。具体的にはアセチレンガスを用いて水素化炭素保護層を形成した。膜厚は5nmである。次いで、保護層4上にディップ法で潤滑層5を形成した。具体的にはパーフロロポリエーテル化合物からなる潤滑剤を塗布した。膜厚は1nmである。この潤滑層5を成膜後、100°Cで加熱処理を行い、潤滑層5を保護層4上に密着させた。

以上のようにして本実施例の磁気ディスク10を得た。

次に、得られた磁気ディスクの各種評価を行なった。

まず、磁気ヘッドの浮上特性を評価するために、タッチダウンハイト法によるグライド試験を行なった結果、タッチダウンハイトは4.5nmであり、浮上量4.5nmとなるまでは磁気ディスクにヘッドが接触しないことを確認した。磁気ヘッドの浮上量が10nmである場合、タッチダウンハイトは5nm以下であることが求められるが、本実施例の磁気ディスクは優れた特性が得られることが分かる。

次に、LUL（ロードアンロード）耐久性試験を行った。具体的には、LUL（ロードアンロード）方式のHDD（ハードディスクドライブ）を準備した。このHDDは1平方インチ当たり40ギガビットの記録密度の機種であり、NPABスライダーとGMR再生素子とを備える磁気ヘッドを搭載した。なお搭載した磁気ヘッドの浮上量は10nmである。

このHDDに上記磁気ディスク10を搭載し、LUL動作を連続して行なった結果、連続60万回のLUL動作に故障や障害無く耐久することができた。ヘッドクラッシュ障害は発生しなかった。通常市販のHDDにおいて一般的な使用を行なったとした場合、LUL回数が40万回を超えるのは10年程度の使用が必要と言われている。本実施例の磁気ディスクは高い信頼性を保障していることが判る。なお、上記LUL耐久性試験は過酷環境とするために、温度60°C、相対湿度80%の環境で実施した。

また、情報記録密度700kFciで記録再生試験を実施したが、サーマルアスペリティは観察されなかった。

以上、本発明による磁気ディスク用化学強化ガラス基板を用いる事により、10nmの低浮上量においてもサーマルアスペリティ障害やヘッドクラッシュ障害

を防止できる優れた磁気ディスクを提供することができる。

(比較例)

次に本比較例の磁気ディスク用ガラス基板を製造した。具体的には実施例1の化学強化工程において、粒状に成形した化学強化塩を用いずに、粉体の化学強化塩材料をそのまま化学強化処理槽に導入した。硝酸カリウムと硝酸ナトリウムの混合比は実施例1と同様にした。これらの点以外は実施例1と同様な製造方法により磁気ディスク用化学強化ガラス基板を製造した。

得られた磁気ディスク用ガラス基板をAFMで観察したところ、表面粗さは、 $R_{max}$ は5.0 nm、 $R_a$ は0.49 nmであった。実施例1と同様に目視検査及び光学式検査を行ったところでは、特に異常は観察されなかつたが、電子顕微鏡で観察したところ、微量な異物の付着が認められた。この異物をEDX(エネルギー分散型X線検出器)で詳細に分析したところ、Feを含むピークが観察された。これらの分析結果を総合すると、異物を構成する物質はステンレスを含有するものと推定され、その発生原因は化学強化処理槽を構成するステンレス材によるものと考えられる。この異物を完全に除去するためには、化学強化処理後の洗浄を更に高度化して、洗浄強度を上げるか、洗浄時間を長くする必要がある。なお、得られたガラス基板の抗折強度は実施例1と同様であった。

本比較例の磁気ディスク用化学強化ガラス基板を10万枚製造後、化学強化処理槽の内壁を観察した結果、化学強化塩を投入した付近に僅かに損傷に起因すると推定される腐食が確認された。

次に、この比較例の磁気ディスク用ガラス基板上に実施例2と同様に順次成膜を行い磁気ディスクを得た。

実施例2と同様の評価を行なったところ、タッチダウンハイトは5.0 nmであったが、磁気ヘッドの浮上量を10 nmとした場合は許容できる浮上マージンが全くないので、安全にHDDを動作させられないおそれがある。

次に、LUL耐久性試験を行ったところ、50万回のLUL回数でクラッシュ障害が発生した。また、記録再生試験を実施したところ、ECCで許容できる限度内であったが、サーマルアスペリティ信号が検出された。

以上のように、本発明によれば、化学強化塩の処理槽への導入時のパーティク

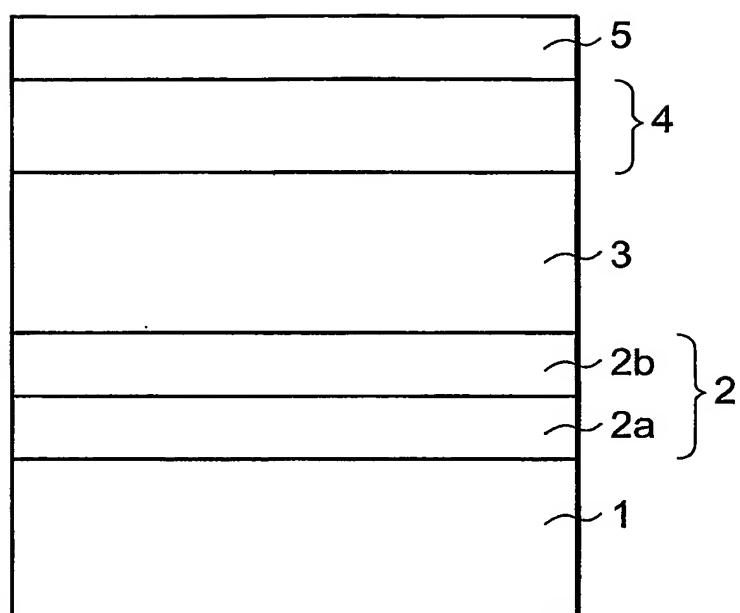
ル発生や、処理槽の損傷に伴う処理槽中の発塵等による化学強化溶融塩の汚染が抑制されるので、清浄な化学強化溶融塩とすることができる、もってサーマルアスペリティ障害やヘッドクラッシュ障害の防止に効果的である。また、化学強化溶融塩を清浄なものとすることができるので、化学強化工程後の精密洗浄を特に高度化しなくともサーマルアスペリティ障害やヘッドクラッシュ障害を好適に防止することができる、磁気ヘッドの 10 nm 或いはそれ以下の低浮上量にも対応することが可能である。また、粒状の化学強化塩は飛散し難く取り扱いが容易であること、厳密な雰囲気の湿度管理が不要であること、化学強化後の精密洗浄を特に高度化しなくともよいこと、等の点からコスト低減が可能であり、高品質の磁気ディスク用ガラス基板及び磁気ディスクを廉価で提供することが可能になる。

## 請求の範囲

1. 処理槽に導入された化学強化塩を溶融して化学強化溶融塩を得、ガラスディスクを前記化学強化溶融塩に接触させることにより化学強化する磁気ディスク用ガラス基板の化学強化処理方法において、処理槽に化学強化塩を導入する際に雰囲気中に飛散しないように粒状の化学強化塩を用いることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の化学強化処理方法。
2. 粉状の化学強化塩材料を粒状に成形した化学強化塩を用いることを特徴とする請求項1記載の磁気ディスク用ガラス基板の化学強化処理方法。
3. 前記ガラスディスクはアルミニノシリケートガラスからなることを特徴とする請求項1又は2に記載の磁気ディスク用ガラス基板の化学強化処理方法。
4. 請求項1乃至3の何れかに記載の磁気ディスク用ガラス基板の化学強化処理方法により化学強化処理を行う工程を有することを特徴とする磁気ディスク用化学強化ガラス基板の製造方法。
5. 請求項4に記載の磁気ディスク用化学強化ガラス基板の製造方法により得られるガラス基板上に、少なくとも磁性層を形成することを特徴とする磁気ディスクの製造方法。

## 第1図

10



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/014564

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> G11B5/84, 5/73, C03C21/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> G11B5/62-5/858, C03C21/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2002-179415 A (Otsuka Chemical Co., Ltd.), 26 June, 2002 (26.06.02), Claims; Par. No. [0002] & US 2003/113537 A1	1-5
A	JP 7-109112 A (Tatsuki OKADA), 25 April, 1995 (25.04.95), Full text; all drawings (Family: none)	1-5
Y	JP 2000-203888 A (Hoya Corp.), 25 July, 2000 (25.07.00), Full text; all drawings (Family: none)	1-5

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	
"A"	document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E"	earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L"	document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O"	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P"	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T"	later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&"	document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
18 October, 2004 (18.10.04)Date of mailing of the international search report  
02 November, 2004 (02.11.04)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2004/014564

**C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2001-6168 A (Hoya Corp.), 12 January, 2001 (12.01.01), Full text; all drawings & US 6523367 B1	1-5
Y	JP 2001-72444 A (Hoya Corp.), 21 March, 2001 (21.03.01), Full text; all drawings & US 6534120 B1	1-5
Y	JP 11-25454 A (Hoya Corp.), 29 January, 1999 (29.01.99), Full text; all drawings (Family: none)	1-5
Y	JP 10-194786 A (Hoya Corp.), 28 July, 1998 (28.07.98), Full text; all drawings & US 6119483 A	1-5
Y	JP 10-194785 A (Hoya Corp.), 28 July, 1998 (28.07.98), Full text; all drawings & US 6119483 A	1-5

## A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int. C1. 7 G11B5/84, 5/73, C03C21/00

## B. 調査を行った分野

## 調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int. C1. 7 G11B5/62-5/858, C03C21/00

## 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2004年
日本国登録実用新案公報	1994-2004年
日本国実用新案登録公報	1996-2004年

## 国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 2002-179415 A (大塚化学株式会社) 2002. 06. 26 特許請求の範囲、【0002】 & US 2003/113537 A1	1-5
A	JP 7-109112 A (岡田 立己) 1995. 04. 25 全文、全図 (ファミリーなし)	1-5
Y	JP 2000-203888 A (ホーヤ株式会社) 2000. 07. 25 全文、全図 (ファミリーなし)	1-5

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献(理由を付す)
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

## の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

## 国際調査を完了した日

18. 10. 2004

## 国際調査報告の発送日

02.11.2004

## 国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)  
郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

## 特許庁審査官(権限のある職員)

橋 均憲

5D 3045

電話番号 03-3581-1101 内線 3550

C (続き) 関連すると認められる文献		関連する 請求の範囲の番号
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	
Y	JP 2001-6168 A (ホーヤ株式会社) 2001. 01. 12 全文、全図 & US 6523367 B1	1-5
Y	JP 2001-72444 A (ホーヤ株式会社) 2001. 03. 21 全文、全図 & US 6534120 B1	1-5
Y	JP 11-25454 A (ホーヤ株式会社) 1999. 01. 29 全文、全図 (ファミリーなし)	1-5
Y	JP 10-194786 A (ホーヤ株式会社) 1998. 07. 28 全文、全図 & US 6119483 A	1-5
Y	JP 10-194785 A (ホーヤ株式会社) 1998. 07. 28 全文、全図 & US 6119483 A	1-5